

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2004 年10 月28 日 (28.10.2004)

PCT

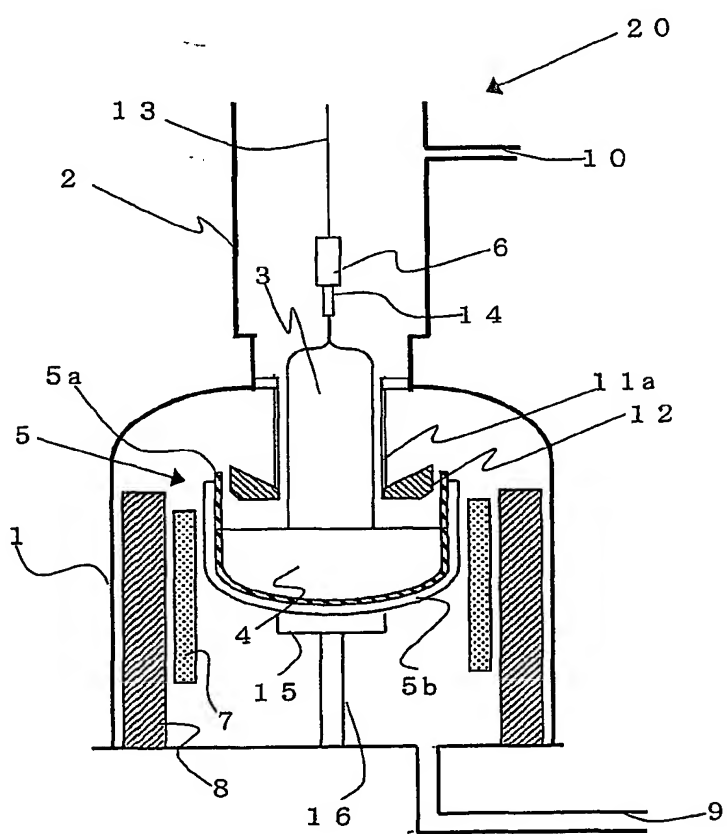
(10) 国際公開番号  
WO 2004/092455 A1

- |   |   |  |
|---|---|--|
| (51) 国際特許分類 <sup>7</sup> :  | C30B 15/20, 29/06                           | (72) 発明者; および  |
| (21) 国際出願番号:  | PCT/JP2004/004551                           | (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 星 亮二 (HOSHI, Ryoji) [JP/JP]; 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 1 5 0 番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 園川 将 (SONOKAWA, Susumu) [JP/JP]; 〒9618061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 1 5 0 番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). |
| (22) 国際出願日:   | 2004 年3 月30 日 (30.03.2004)                  |  |
| (25) 国際出願の言語:   | 日本語   |  |
| (26) 国際公開の言語:   | 日本語   |  |
| (30) 優先権データ:  | 特願2003-108787 2003 年4 月14 日 (14.04.2003) JP | (74) 代理人: 好宮 幹夫 (YOSHIMIYA, Mikio); 〒1110041 東京都台東区元浅草 2 丁目 6 番 4 号上野三生ビル 4 F Tokyo (JP).  |
| (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO.,LTD.) [JP/JP]; 〒1000005 東京都千代田区丸の内 1 丁目 4 番 2 号 Tokyo (JP). |   | (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM,  |

[続葉有]

(54) Title: PROCESS FOR PRODUCING SINGLE CRYSTAL

(54) 発明の名称: 単結晶の製造方法



(57) Abstract: A process for producing a single crystal according to the Czochralski method wherein a polycrystalline raw material is put in a crucible, then the polycrystalline raw material is melted by heating by means of a heater arranged so as to surround the crucible and thereafter a seed crystal is fused to the raw material melt and pulled up to thereby effect single crystal growth, characterized in that in the growth of single crystal whose resistivity has been regulated by boron doping, the single crystal growth is performed while controlling the maximum temperature of the crucible at 1600°C or below. In the production of boron-doped single crystal having high gettering capability, the single crystal can be produced by the above process at high productivity and at low cost while inhibiting any dislocation generation.

(57) 要約: ルツボ内に多結晶原料を収容し、前記ルツボの周りを囲むように配置されたヒータにより前記多結晶原料を加熱溶解し、該原料融液に種結晶を融着した後引き上げて単結晶を育成するチョクラルスキー法による単結晶の製造方法において、ボロンをドーピングして抵抗率を調整した単結晶を育成する場合に、前記ルツボの最高温度を1600°C以下に制御して単結晶を育成することを特徴とする単結晶の製造

方法。これにより、高いゲッタリング能力を持つ、ボロンドープした単結晶を製造する際、有転位化の発生を抑制し、高生産性かつ低コストで製造することができる単結晶の製造方法が提供される。

WO 2004/092455 A1



DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY,

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

## 明 細 書

## 単結晶の製造方法

## 5 技術分野

本発明は、単結晶の製造方法、特に、ドーパントとしてボロンを添加するシリコン単結晶の製造方法に関する。

## 背景技術

- 10 従来、シリコン単結晶等の単結晶を製造する方法として、チョクラルスキー法（CZ法）や浮遊帯法（FZ法）が知られている。

CZ法によりシリコン単結晶を製造するには、図4に示されるような単結晶製造装置30を用い、ルツボ5に原料として多結晶シリコンを収容し、ルツボ5の周りを囲むように配置されたヒーター7により多結晶シリコンを加熱溶融する。

- 15 次いで、原料融液4に種結晶14を融着させた後、回転しながら徐々に引き上げることで単結晶3が育成される。なお、近年では、単結晶の大型化が進み、融液4に磁場を印加しながら単結晶3を育成する、いわゆるMCZ法が用いられることが多くなっている。

- 20 育成されたシリコン単結晶は、その後、スライス、面取り、研磨等の加工を経て鏡面ウエーハとされるが、さらに、その上にエピタキシャル層を成長させる場合がある。このようなエピタキシャルウエーハでは、基板となるシリコンウエーハ上に重金属不純物が存在すると、半導体デバイスの特性不良を起こしてしまうため、重金属不純物は極力減少させる必要がある。

- 25 そのため、重金属不純物を低減させる技術の一つとしてゲッタリング技術の重要性がますます高くなってきており、エピタキシャルウエーハの基板として、ゲッタリング効果の高い、低抵抗率（例えば $0.1\Omega\cdot\text{cm}$ 以下）のP型シリコンウエーハを用いることも多くなっている。このような低抵抗率単結晶の基板を用いたエピタキシャルウエーハは、ラッチアップの問題やゲッタリングの問題に関

して有利であり、高品質のウェーハとして注目されている。

また、BMDの増加やグローンイン (G r o w n - i n) 欠陥サイズの制御等を目的として窒素ドーピングされることも多くなっている (例えば、特開 2 0 0 0 - 4 4 3 8 9 号公報及び特開 2 0 0 3 - 2 7 8 6 号公報参照)。

5      そこで、近年では、MCZ法 (あるいはCZ法) により、直径が 2 0 0 m m 以上、特に 3 0 0 m m にもなる大口径であって、ゲッタリングの問題等から窒素ドーピングした低抵抗のP型 (ボロンドープ) シリコン単結晶を育成することが多くなっている。

10      ところで、CZ法により単結晶を育成すると、育成中に転位が発生 (有転位化) し、多結晶化してしまうことがしばしばある。有転位化が発生すると、その後育成する部分はもちろん、それより前に育成した部分にまでスリップ転位が伝播し、単結晶、すなわち製品としての価値が失われてしまう。このため、従来、有転位化が発生した場合には、育成した単結晶を溶融し直し (再溶融)、再び単結晶の育成 (再育成) を行っている。しかし、このような再溶融・再育成を繰り返して行くと、生産性の低下を招くことになってしまうため、有転位化を防ぐこ  
15      とが好ましい。

#### 発明の開示

20      そこで、有転位化の発生に関して本発明者等が調査したところ、ボロンをドーピングした単結晶、特に、低抵抗率 (例えば  $0.1 \Omega \cdot \text{cm}$  以下) の単結晶を育成すると、通常抵抗率結晶の場合に比較して有転位化の発生頻度が高く、有転位化した単結晶を溶かして育成をやり直す回数も多くなり、生産性の大きな低下を招くことがわかった。

25      本発明はこのような問題に鑑みてなされたもので、高いゲッタリング能力を持つ、ボロンドープした単結晶を製造する際、有転位化の発生を抑制し、高生産性かつ低コストで製造することができる単結晶の製造方法を提供することを目的とする。

前記目的を達成するため、本発明によれば、ルツボ内に多結晶原料を収容し、

前記ルツボの周りを囲むように配置されたヒーターにより前記多結晶原料を加熱溶解し、該原料融液に種結晶を融着した後引き上げて単結晶を育成するチョクラルスキー法による単結晶の製造方法において、ボロンをドーピングして抵抗率を調整した単結晶を育成する場合に、前記ルツボの最高温度を $1600^{\circ}\text{C}$ 以下に制御して単結晶を育成することを特徴とする単結晶の製造方法が提供される。

後述するように、本発明者等の分析により、CZ法により単結晶を製造する際の有転位化の発生原因の一つは、約 $1500^{\circ}\text{C}$ 程度以上の温度で形成される窒化ボロン(BN)であることが判明した。そこで、ボロンをドーピングして抵抗率を調整した単結晶を育成する場合に、ルツボの最高温度を $1600^{\circ}\text{C}$ 以下に制御して単結晶を育成すれば、窒化ボロンの形成が抑制され、窒化ボロンに起因する有転位化が防止される。従って、生産性の向上を図ることができ、高いゲッタリング能力を持つ、ボロンドープした単結晶を低コストで製造することができる。

この場合、前記育成される単結晶の抵抗率が、 $0.1\ \Omega\cdot\text{cm}$ 以下となるようにボロンをドーピングした単結晶を育成することが好ましい。

育成される単結晶の抵抗率が $0.1\ \Omega\cdot\text{cm}$ より大きくなる場合、ボロンの添加量は比較的少ないためそれほど問題とならないこともあるが、抵抗率が $0.1\ \Omega\cdot\text{cm}$ 以下となる低抵抗単結晶では、ボロンの濃度がかなり高いため、わずかな窒素が存在しても、BN起因の有転位化が発生しやすい。従って、このような低抵抗の単結晶を育成する場合に特に本発明が有効となる。

一方、前記育成される単結晶の抵抗率が、 $0.001\ \Omega\cdot\text{cm}$ 以上となるようにボロンをドーピングした単結晶を育成することが好ましい。

抵抗率が $0.001\ \Omega\cdot\text{cm}$ よりも小さくなる単結晶を育成する場合、ボロンの添加量が極めて多くなり、単結晶化し難くなる。従って、抵抗率が $0.001\ \Omega\cdot\text{cm}$ 以上となるようにボロンドープして単結晶を育成することが好ましい。

また、育成される単結晶中の窒素濃度が $1\times 10^{10}/\text{cm}^3$ 以上、 $5\times 10^{15}/\text{cm}^3$ 以下となるように窒素をドーピングした単結晶を育成することが好ましい。

上記範囲の窒素濃度となるように窒素ドープして単結晶を育成すれば、単結晶

化に悪影響が無く、BMDやグローニン欠陥の制御効果を十分発揮し、ゲッターリング能力に一層優れた単結晶を確実に製造することができる。また、ボロンと窒素の両方をドーピングして単結晶を育成する場合、たとえ抵抗率が $1000\Omega\text{cm}$ となる高抵抗、低濃度ボロンドープであっても窒素濃度が上記範囲内であると、窒化ボロンが非常に形成され易くなるが、ルツボの最高温度を $1600^{\circ}\text{C}$ 以下に制御することで窒化ボロンの形成が抑制されるため、本発明が特に有効となる。

前記単結晶として、シリコン単結晶を育成することが好ましい。

シリコン単結晶は需要が高く、本発明を適用して製造すれば、高品質のP型シリコン単結晶をより低コストで製造することができる。

また、前記単結晶の育成に際し、前記原料融液に少なくとも $300$ ガウス以上の磁場を印加して単結晶を育成することが好ましい。

近年、MCZ法により単結晶を製造する場合が多く、 $300$ ガウス以上の強度で磁場を印加すると、融液の対流の抑制効果が大きくなり、温度勾配がつき易くなる。そのため、融液の温度が高くなり易いが、ルツボの最高温度を $1600^{\circ}\text{C}$ 以下に制御して単結晶を育成することで、融液の温度も低く保たれ、窒化ボロンの形成が抑制される。従って、窒化ボロンに起因する有転位化が防止され、大口径で、ゲッターリング能力の高い単結晶を高い生産性で製造することができる。

前記単結晶として、直径が $200\text{mm}$ 以上の単結晶を育成することが好ましい。

直径が $200\text{mm}$ 以上となる大口径単結晶を育成する場合には、使用するルツボも大きくなる。この場合、ルツボから結晶までの距離が遠くなり、ルツボ内の融液の熔融状態を保ちつつ単結晶を成長させるためにルツボが高温に加熱される。そのため窒化ボロンが生成され易くなるが、このような大口径の単結晶を育成する場合でも、ルツボの最高温度を $1600^{\circ}\text{C}$ 以下に制御して育成を行うことで、窒化ボロンの形成が抑制され、大口径の単結晶を高い生産性で製造することができる。

以上のように、本発明では、チョクラルスキー法によりボロンをドーピングして抵抗率を調整した単結晶を育成する場合に、ルツボの最高温度を $1600^{\circ}\text{C}$ 以

下に制御して単結晶を育成する。このようにルツボの温度を1600℃以下に制御することで、ルツボ内の原料融液の温度が低く保たれるので、窒化ボロンの形成を抑制することができる。従って、窒化ボロンに起因する単結晶の有転位化の発生頻度を大きく減少させることができ、高いゲッターリング能力を持つ、P型単結晶を高い生産性で製造することができ、結果的に製造コストの低減を達成することができる。

#### 図面の簡単な説明

図1は、本発明で使用可能な単結晶製造装置の一例を示す概略図である。

10 図2は、本発明で使用可能な単結晶製造装置の他の例を示す概略図である。

図3は、本発明で使用可能な単結晶製造装置のさらに他の例を示す概略図である。

図4は、従来の単結晶製造装置の一例を示す概略図である。

図5は、実施例及び比較例における生産性を比較したグラフである。

15 図6は、ルツボの最高温度と生産性比との関係を示すグラフである。

#### 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明についてさらに詳しく説明する。

20 本発明者等は、様々な分析法（IR、X線回折、ラマン分光、蛍光X線等）を用いて種々の有転位化状況の検証を行い、ボロンドープ低抵抗シリコン単結晶が有転位化する原因の一つが、窒素とボロンとが反応して形成される窒化ボロン（BN）であると特定することができた。窒化ボロンは約1500℃程度以上の温度で発生するが、一度発生すると3000℃の加圧状態でないと溶けない物質であり、有転位化の原因となる。すなわち、このような窒化ボロンが育成中の単結晶に付着すると、成長単結晶に転位が発生すると考えられる。

25 特に、ボロンドープ低抵抗率単結晶の育成においては、融液中のボロン濃度が通常抵抗の単結晶を育成する場合に比べて高いため、さらに窒素をドープする場合に限らず、石英ルツボに含まれていたり、大気中の窒素が起因して発生する窒

## 6

化物や機械的なリークなどを通じてわずかに育成装置内に混入する窒素と反応して窒化ボロンを形成しやすいと考えられる。

また、本発明者らは、融液中に窒化ボロンが生じて有転位化が発生した場合、従来のように有転位化した結晶を再度溶解しても窒化ボロンが溶解する可能性は極めて低く、融液中を浮遊し、再度結晶を育成する際に育成中の結晶に再び付着する可能性が高いと考えた。

そこで、本発明者らは、シリコンの融点は約 1 4 2 0 °C であり、石英ルツボの軟化点は 1 7 5 0 °C であるから、育成の際、シリコン融液とルツボの温度はこれらの間の温度に保たれることになるが、窒化ボロンの発生を抑えるためには、ルツボや融液の温度をできるだけ低く保つことが重要であると考えた。すなわち、窒化ボロンの生成温度は 1 5 0 0 °C 程度以上であるから、ルツボの最高温度を 1 5 0 0 °C より低くすれば、ルツボ内のシリコン融液の温度も低くなり、窒化ボロンの生成を抑制することが可能となる。

しかし、結晶口径が大きくなるほど使用するルツボも大きくなり、融液全体の溶解状態を保ちつつ結晶を成長させるためにヒータパワーも大きくなるので、ルツボの温度は高くなる。そのため、ルツボの最高温度を 1 5 0 0 °C よりも低く抑えて単結晶を育成するのは困難となる場合がある。

そこで、本発明者らが鋭意研究及び検討を行ったところ、ボロンドープした単結晶を育成する場合、ルツボの最高温度を 1 6 0 0 °C 以下に抑えて単結晶を育成すれば、ボロンと窒素との反応が抑制され、窒化ボロンによる有転位化の発生頻度が著しく減少し、結果的に生産性の向上及び低コスト化を図ることができることを見出し、本発明の完成に至った。

以下、図面を参照しながら、本発明に基づき、ドーパントとして高濃度でボロンを添加したシリコン単結晶と、ボロンと窒素を添加したシリコン単結晶を製造する場合について説明する。

図 1 は、本発明で 사용할 ことができる単結晶製造装置（引き上げ装置）の一例の概略を示したものである。この単結晶製造装置 2 0 は、原料融液 4 を収容するルツボ 5 や加熱ヒーター 7 を備えたメインチャンバー 1



と、原料融液 4 から引き上げた単結晶棒 3 を収容し、それを取り出すための引き上げチャンバー 2 とを有している。

ルツボ 5 は、内側の石英ルツボ 5 a と外側の黒鉛ルツボ 5 b とからなり、ペDESTAL 15 上に載置されて、下方に設けられたルツボ制御手段（不図示）により  
5 回転軸 16 を介して回転させながら昇降を行うことができるようになっている。

ルツボ 5 の周囲には加熱ヒーター 7 が配設され、さらにヒーター 7 の外側には断熱部材 8 が設けられている。

メインチャンバー 1 と引き上げチャンバー 2 との間から融液面に向けてガス整流筒（冷却補助筒） 11 a が設けられており、さらに整流筒 11 a の先端部に遮  
10 熱部材 12 が設けられている。また、メインチャンバー 1 の上方には、育成中の単結晶棒 3 の直径や様子を測定及び観察するための光学系装置（不図示）が設けられている。

引き上げチャンバー 2 は、育成を終了した単結晶を取り出すことができるように開放可能に構成されており、上方には、ワイヤー（またはシャフト） 13 を介  
15 して単結晶 3 を回転させながら引き上げる結晶引き上げ手段（不図示）が設置されている。

このような装置 20 を用い、高濃度のボロンをドーピングしたシリコン単結晶を製造するには、例えば、ルツボ 5 に多結晶シリコン原料と共に金属ボロン  
20 エレメント等のボロンドープ剤を収容し、また、ボロンと窒素をドーブしたシリコン単結晶を製造するには、ボロンドープ剤の他に窒化シリコン等の窒素ドーブ剤を収容する。

添加するボロンドープ剤の量は、育成される単結晶中のボロン濃度、すなわち抵抗率に反映されるため、目的とするシリコン単結晶の抵抗率に応じて決めれば  
25 良い。一般的に、抵抗率が  $0.1 \Omega \text{ cm}$  以下となる低抵抗率の単結晶を育成する場合、融液中のボロン濃度が高くなり、故意に窒素をドーブしなくても窒化ボロンが生成し易くなる。

なお、抵抗率が  $0.001 \Omega \text{ cm}$  より小さい単結晶を育成するとなると、融液中のボロン濃度は極めて高くなり、ボロンのシリコンへの固溶限界を超え、単結

晶化し難くなる。従って、ボロンドープ剤は、育成される単結晶の抵抗率が  $0.001 \Omega \text{ cm}$  以上、 $0.1 \Omega \text{ cm}$  以下となるボロン濃度となるように添加することが好ましい。

一方、窒素ドーパ剤の量も、育成される単結晶中の窒素濃度に反映されるので、目的とするシリコン単結晶の窒素濃度に応じてドーパ剤の量を決めれば良い。なお、単結晶中の窒素濃度が小さすぎると、BMDやグローンイン欠陥への効果が十分得られないので、十分に不均一核形成を引き起こす  $1 \times 10^{10} / \text{cm}^3$  以上とするのが好ましい。

ただし、融液中の窒素濃度がシリコンへの固溶限界を超えてしまうと単結  
10 晶化し難くなるので、育成される単結晶中の窒素濃度が  $5 \times 10^{15} / \text{cm}^3$  以下  
となるように窒素ドーパ剤を添加することが好ましい。

なお、この様に故意に窒素をドーピングする場合、ボロン濃度とはほぼ無関係に、例えば抵抗率が  $1000\ \Omega\text{cm}$  程度となる低いボロン濃度でも窒化ボロンが発生し易くなる。

15      ルツボ 5 内に原料及びドーブ剤を収容してヒーター 7 により加熱溶融した後、  
上方より静かにワイヤー 13 を下降し、ワイヤー 13 下端のホルダー 6 により吊  
された、円柱または角柱状の種結晶 14 を融液面に着液（融着）させる。次い  
で、種結晶 14 を回転させながら上方に静かに引上げて徐々に直径を細くするネ  
ッキングを行った後、引上げ速度、温度等を調整して絞り部分を拡張し、単結晶  
20      棒 3 のコーン部の育成に移行する。さらに、コーン部を所定の直径まで拡張した  
後、再度引上げ速度と融液温度を調整して所望直径の直胴部の育成に移る。

なお、単結晶 3 の成長に伴い原料融液 4 が減って融液面が下がるので、ルツボ 5 を上昇させることで融液面のレベルを一定に保ち、育成中の単結晶棒 3 が所定の直径となるように制御される。

25      また、操業中は、チャンバー 1，2 内は、ガス導入口 10 からアルゴンガスが導入され、ガス流出口 9 から排出することでアルゴンガス雰囲気で行われる。

上記のように単結晶の育成を行うと、育成中の単結晶が有転位化する場合がある。このような有転位化が発生した場合、従来においては、育成した単結晶を溶

融し直し、同じ原料融液から単結晶を育成し直す、という作業を繰り返し行っていた。しかし、本発明者らの調査から、特にCZ法により低抵抗のP型単結晶を育成する場合、故意に窒素をドーピングしなくても融液中に窒化ボロンが発生し易く、これが結晶に付着して有転位化を引き起こすものと判明し、一旦発生した窒化ボロン（BN）は消滅し難いため、再溶融・再育成を繰り返しても再び有転位化が発生する可能性が高い。

そこで本発明では、上記のようにボロンをドーピングした単結晶を育成する場合、窒化ボロンの形成を抑制するため、ルツボの最高温度を1600℃以下に制御して単結晶を育成するようにした。前記したように、窒化ボロンは原料融液の温度が1500℃程度以上で発生するが、ルツボの最高温度が1600℃以下となるように制御して育成を行えば、原料融液の温度を低く抑え、窒化ボロンの発生を効果的に抑制することができる。

ただし、ルツボの最高温度をシリコンの融点（1420℃）近くまで低くしてしまうと、原料全体の熔融状態を保ちながら単結晶を育成するのは困難になるおそれがある。そのため、使用するルツボの大きさ等にもよるが、ルツボの最高温度は、1450℃以上、1600℃以下、特に1480℃以上、1550℃以下に制御することが好ましい。

ルツボの温度制御については、例えば遮熱部材の位置や断熱部材の高さ等の炉内構造（ホットゾーン構造）を調整することで最高温度を1600℃以下に制御することができる。

図1の引上げ装置20では、図4に示した装置30と比べ、冷却補助筒（ガス整流筒）11aの融液面からの距離を2.5倍に広げている。通常、単結晶を育成する際、融液表面と単結晶との固液界面近傍の温度が所望の値となるようにヒーターパワーを設定するが、図1及び図4の装置のようにヒーター7の周りの断熱部材8が比較的低いと放熱が大きくなり、ルツボ5や融液4はヒーター7により過熱されることになる。しかし、図1の装置20のように、冷却補助筒11a（遮熱部材12）と融液表面との距離を大きくすることでルツボ5や融液4の冷却効果が高くなり、ルツボ5（石英ルツボ5a）の温度を1600℃以下に保つ

ことができる。

また、図 2 に示した装置 20 a では、図 4 の装置 30 と比べ、ヒーター 7 を囲む断熱部材 8 a を高くして、放熱を小さくしている。さらに、図 3 に示した装置 20 b では、図 1 に示した冷却補助筒 11 a と図 2 に示した断熱部材 8 a に加え、  
5 厚さを薄くした遮熱部材 12 a を採用している。これらの装置 20 a, 20 b でも、ヒーター 7 によるルツボ 5 の過熱を防いだり、冷却効果が高くなるため、ルツボ 5 (石英ルツボ 5 a) の温度を低く、すなわち 1600℃以下に保つことができる。

これらの装置 20, 20 a, 20 b を用いて実際に単結晶を育成する際には、  
10 例えば、予めコンピュータシミュレーションによる計算により、ルツボの最高温度が 1600℃以下となるように各条件 (ヒーターパワー、冷却補助筒の融液面からの距離、断熱部材の長さ、遮熱部材の形状等) を調整すれば良い。あるいは、実際に熱電対等を用いてルツボの温度を測定し、炉内構造を調整することでルツボの最高温度が 1600℃以下となるように制御しても良い。

15 なお、ルツボの最高温度を 1600℃以下に制御する装置は、図 1 ~ 図 3 に示したような装置 20, 20 a, 20 b に限定されない。例えば、特開平 9-227276 号公報に開示されているように、ルツボの劣化を防ぐため、ルツボの上方に補助ヒーター等を設けてルツボの最高温度を 1600℃以下に制御することができる引上げ装置を使用することもできる。

20 また、本発明で育成する単結晶の大きさも特に限定されないが、直径が 200 mm 以上、特に 300 mm にもなる大口径のシリコン単結晶を育成する場合には、メインチャンバー 1 の外側に磁場印加装置を備えた装置を用い、MCZ 法により育成が行われることが多い。このとき 300 ガウス以上の中心磁場強度で磁場を印加すると、融液の対流の抑制効果が大きくなり、融液の温度が高くなって窒化  
25 ボロンが形成され易いが、ルツボの最高温度を 1600℃以下に制御して育成を行うことで、窒化ボロンの形成を抑制することができる。従って、MCZ 法により、大口径で、ゲッタリング能力の高い単結晶を高い生産性で育成することができる。

そして、上記のように製造されたシリコン単結晶から、スライス、面取り、ラッピング、エッチング、研磨等の工程を経て得た低抵抗率ウエーハは、低抵抗であるのでゲッタリング能力が特に優れ、エピタキシャルウエーハ用の基板として有利に使用することができる。

5       以下、本発明の実施例及び比較例について説明する。

#### <実施例 1>

図 1 に概略を示した単結晶製造装置 20（ルツボ径：800mm）を用い、チ  
ョクラルスキー法（CZ法）により直径12インチ（300mm）のP型（ボロ  
10       ンドープ）シリコン単結晶を育成した。

熔融工程では、ルツボ内に多結晶シリコン原料を320kgチャージし、同時に抵抗制御用の金属ボロンエレメントを添加した。なお、育成される単結晶の抵抗率が0.005-0.01Ωcmの範囲に収まるようにボロンの量を調節した。

また、冷却補助筒と融液表面との距離は75mmとした。

15       結晶育成工程では、中心磁場強度3500Gの水平磁場を印加し、直胴長さが約120cmの結晶を育成した。

なお、上記のような条件の下、FEMAG（総合伝熱解析ソフト：F. Dup  
r e t, P. N i c o d e m e, Y. R y c k m a n s, P. W o u t e r s,  
a n d M. J. C r o c h e t, I n t. J. H e a t M a s s T r a n s f  
20       e r, 33, 1849 (1990)) によって計算されたルツボの最高温度は1543℃であった。

結晶が途中で有転位化してしまった場合には、その結晶を再び熔融して再度育成することとし、製品として使い得る単結晶が得られるまで再熔融・再育成を繰り返すこととした。

25       この炉内構造で製品としての単結晶が得られるまでの有転位化回数は下記の比較例の1/5回程度であった。

#### <比較例>

図 4 に概略を示した炉内構造を用い、冷却補助筒と融液表面との距離を 30 mm としたこと以外は、実施例 1 と同条件で結晶を育成した。このとき FEMAG によって計算されたルツボの最高温度は 1627℃であった。

この装置では、従来と同様、製品としての単結晶が得られるまで有転位化が頻  
5 繁に発生した。

#### <実施例 2>

図 2 に概略を示した装置を用い、冷却補助筒と融液表面との距離を 30 mm とし、断熱部材を 20 cm 高くしたこと以外は、実施例 1 と同条件で単結晶を育成  
10 した。この装置では、断熱部材を長くしており、FEMAG によって計算されたルツボの最高温度は 1597℃であった。

この装置で製品としての単結晶が得られるまでの有転位化回数は、上記比較例の 1/2 回程度であった。

#### 15 <実施例 3>

図 3 に概略を示した装置を用い、断熱部材の厚さが薄いものとし、断熱部材を 20 cm 高くしたこと以外は、実施例 1 と同条件で単結晶を育成した。この装置では、FEMAG によって計算されたルツボの最高温度は 1563℃であった。

この装置で単結晶が得られるまでの有転位化回数は、比較例の約 1/5 回であ  
20 り、実施例 1 よりやや多い程度であった。

#### <生産性の比較>

上記各実施例及び比較例における生産性を比較したものを図 5 に示した。また、ルツボの最高温度に対して生産性比をプロットしたものを図 6 に示した。

25 図 5 に見られるように、実施例 1 の生産性は比較例の 1.73 倍、実施例 2 では 1.53 倍、実施例 3 では 1.61 倍と、いずれも良好な結果であった。

また、図 6 に見られるように、ルツボの最高温度が 1630℃に近い場合（比較例）、1600℃以下に制御した場合（実施例 1～3）に比べて明らかに生産

性が低いことが分かる。

- 5      なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は単なる例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

## 請 求 の 範 囲

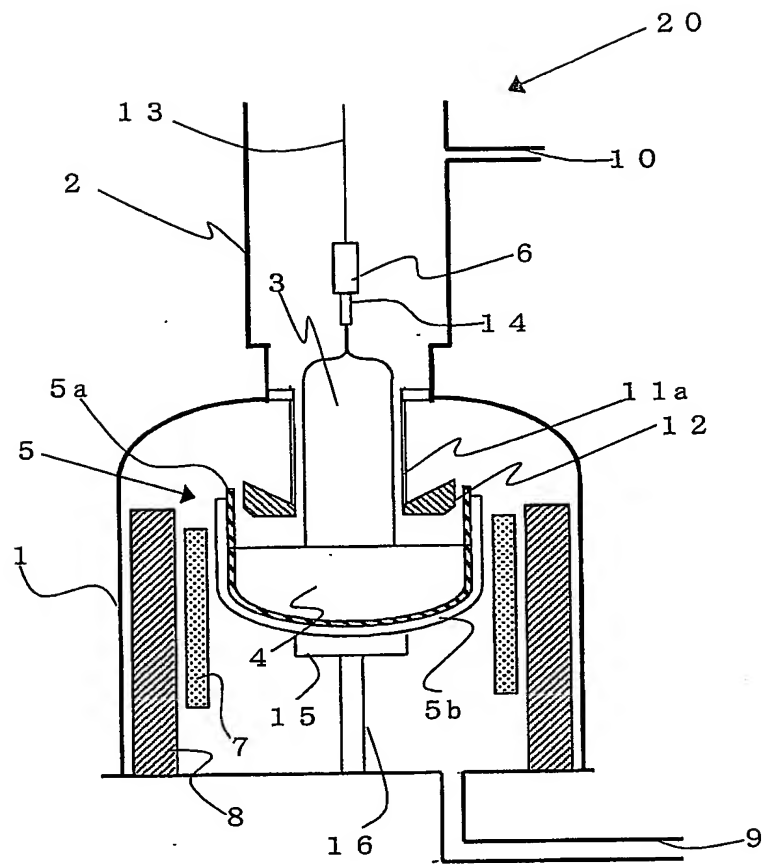
1. ルツボ内に多結晶原料を收容し、前記ルツボの周りを囲むように配置されたヒーターにより前記多結晶原料を加熱溶融し、該原料融液に種結晶を融着した後引き上げて単結晶を育成するチョクラルスキー法による単結晶の製造方法において、ボロンをドーピングして抵抗率を調整した単結晶を育成する場合に、前記ルツボの最高温度を  $1600^{\circ}\text{C}$  以下に制御して単結晶を育成することを特徴とする単結晶の製造方法。
2. 前記育成される単結晶の抵抗率が、 $0.1\ \Omega\text{cm}$  以下となるように前記ボロンをドーピングした単結晶を育成することを特徴とする請求項 1 に記載の単結晶の製造方法。
3. 前記育成される単結晶の抵抗率が、 $0.001\ \Omega\text{cm}$  以上となるように前記ボロンをドーピングした単結晶を育成することを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 に記載の単結晶の製造方法。
4. 前記育成される単結晶中の窒素濃度が、 $1 \times 10^{10}/\text{cm}^3$  以上、 $5 \times 10^{15}/\text{cm}^3$  以下となるように窒素をドーピングした単結晶を育成することを特徴とする請求項 1 ないし請求項 3 のいずれか 1 項に記載の単結晶の製造方法。
5. 前記単結晶として、シリコン単結晶を育成することを特徴とする請求項 1 ないし請求項 4 のいずれか 1 項に記載の単結晶の製造方法。
6. 前記単結晶の育成に際し、前記原料融液に少なくとも  $300$  ガウス以上の磁場を印加して単結晶を育成することを特徴とする請求項 1 ないし請求項 5 のいずれか 1 項に記載の単結晶の製造方法。



7. 前記単結晶として、直径が200mm以上の単結晶を育成することを特徴とする請求項1ないし請求項6のいずれか1項に記載の単結晶の製造方法。

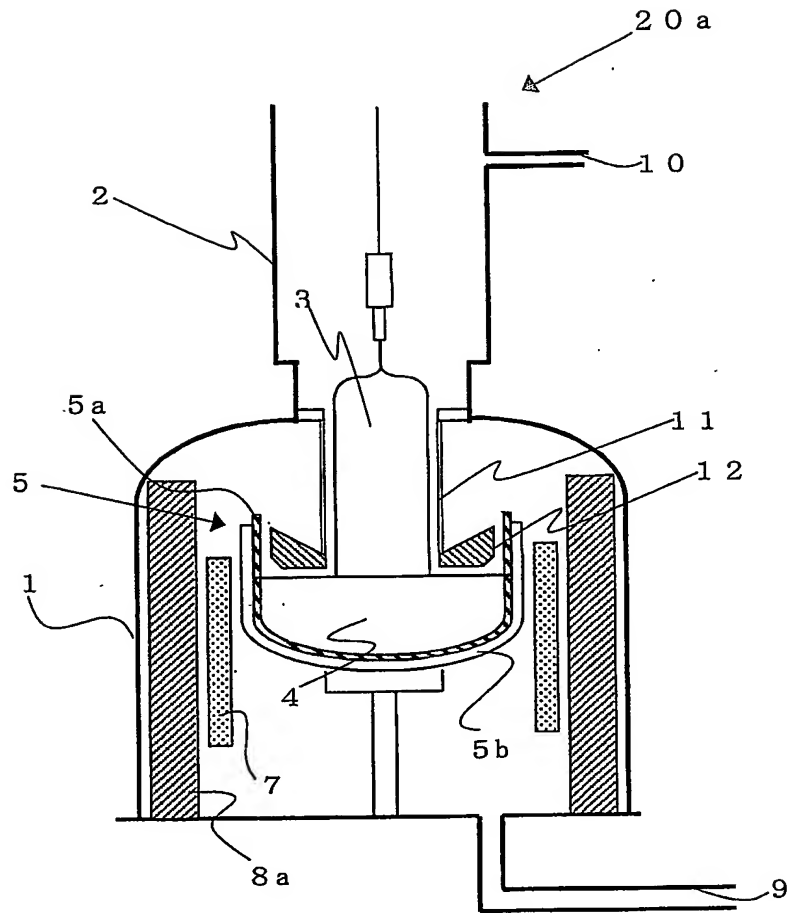
1 / 5

図 1



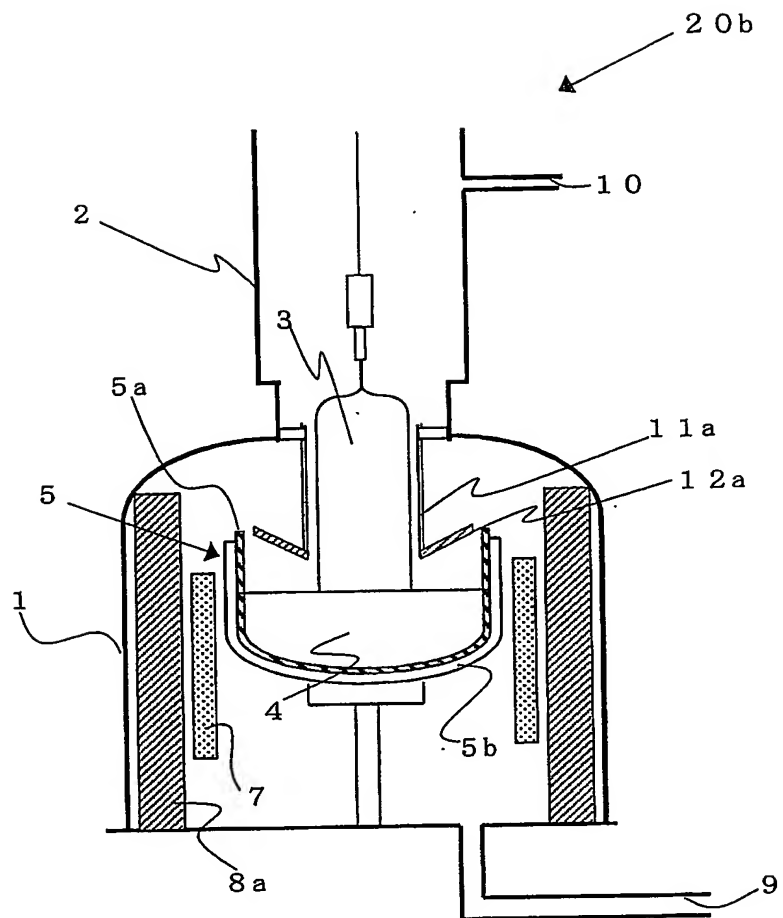
2 / 5

図 2



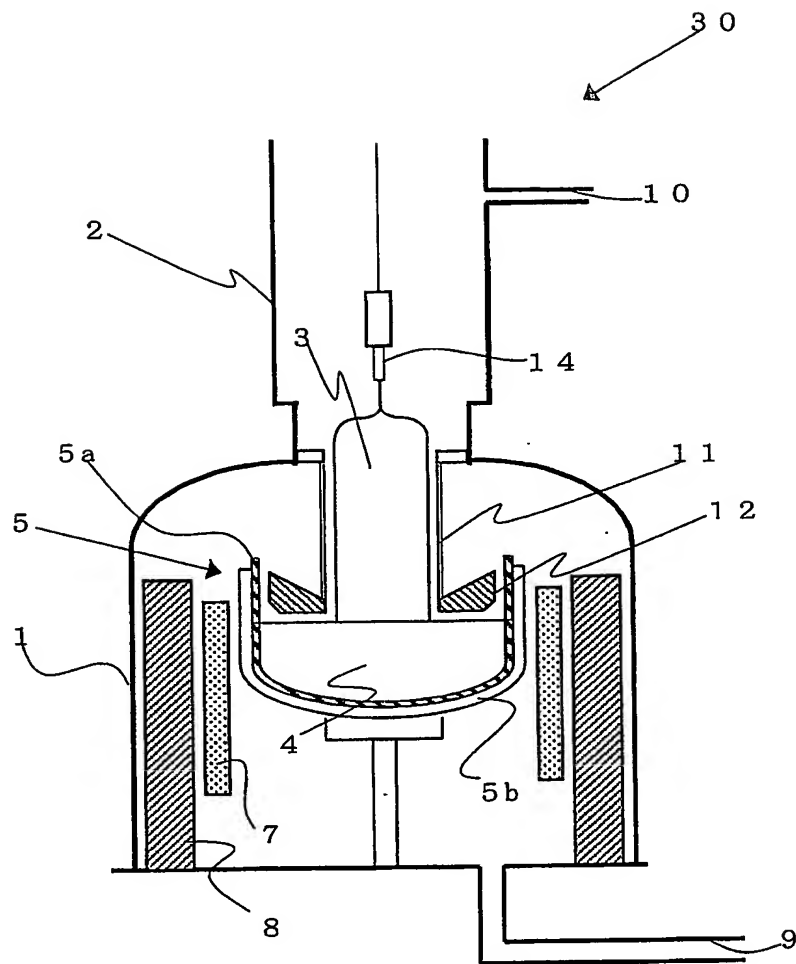
3 / 5

図 3



4 / 5

图 4



5 / 5

図 5

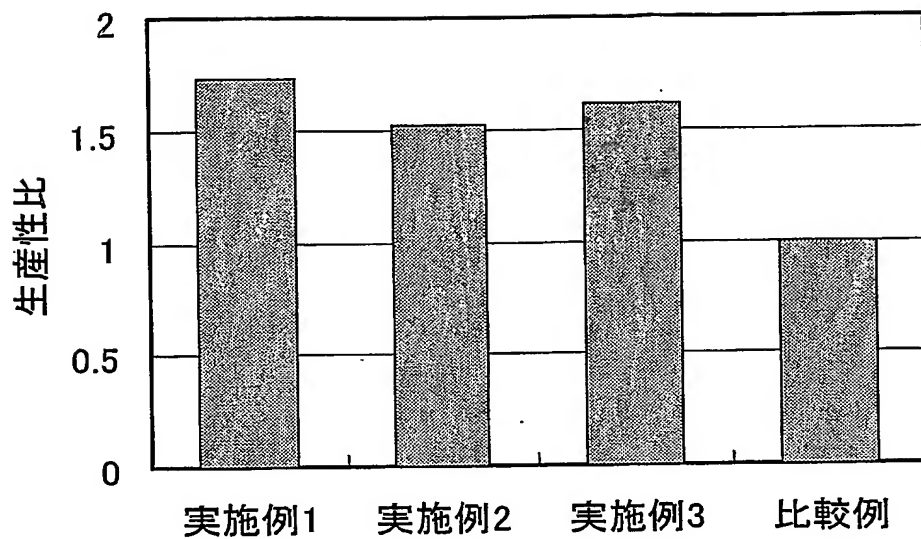
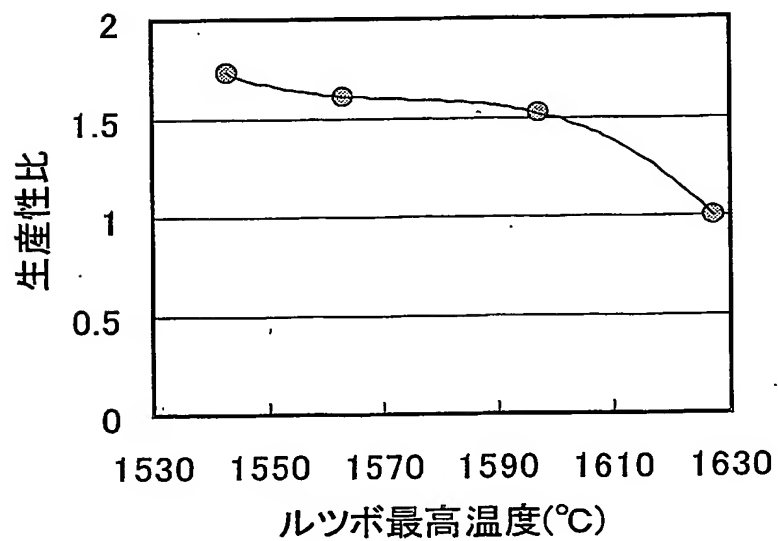


図 6



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/004551

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C30B15/20, C30B29/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C30B15/20, C30B29/06

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 9-227276 A (Sumitomo Sitix Corp.), 02 September, 1997 (02.09.97), Claims 1, 2; Par. No. [0006] & US 5961715 A	1-7
Y	JP 2003-2786 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 08 January, 2003 (08.01.03), Claims 1 to 8 & WO 03/000962 A1	1-7
A	JP 2000-44389 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 15 February, 2000 (15.02.00), (Family: none)	1-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
24 May, 2004 (24.05.04)

Date of mailing of the international search report  
08 June, 2004 (08.06.04)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. <sup>7</sup> C30B15/20, C30B29/06		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. <sup>7</sup> C30B15/20, C30B29/06		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2004年 日本国登録実用新案公報 1994-2004年 日本国実用新案登録公報 1996-2004年		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 9-227276 A (住友シチックス株式会社) 1997. 09. 02 請求項1, 2, 【0006】 & US 5961715 A	1-7
Y	JP 2003-2786 A (信越半導体株式会社) 2003. 01. 08 請求項1-8 & WO 03/000962 A1	1-7
A	JP 2000-44389 A (信越半導体株式会社) 2000. 02. 15 (ファミリーなし)	1-7
<input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 24. 05. 2004	国際調査報告の発送日 08. 6. 2004	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 横山 敏志	4 G 2927
電話番号 03-3581-1101 内線 3416		